

**VERTRAG ÜBER DIE INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT AUF DEM
GEBIET DES PATENTWESENS**

PCT

INTERNATIONALER VORLÄUFIGER PRÜFUNGSBERICHT PCT
(Artikel 36 und Regel 70 PCT)

REC'D 24 MAY 2005
WIPO

Aktenzeichen des Anmelders oder Anwalts B02/0559PC	WEITERES VORGEHEN	siehe Mitteilung über die Übersendung des Internationalen vorläufigen Prüfungsberichts (Formblatt PCT/PEA/416)
Internationales Aktenzeichen PCT/EP 03/11910	Internationales Anmeldedatum (Tag/Monat/Jahr) 27.10.2003	Prioritätsdatum (Tag/Monat/Jahr) 28.10.2002
Internationale Patentklassifikation (IPK) oder nationale Klassifikation und IPK C01B7/04		
Anmelder BASF AKTIENGESELLSCHAFT		

1. Dieser internationale vorläufige Prüfungsbericht wurde von der mit der Internationalen vorläufigen Prüfung beauftragten Behörde erstellt und wird dem Anmelder gemäß Artikel 36 übermittelt.
2. Dieser BERICHT umfaßt insgesamt 5 Blätter einschließlich dieses Deckblatts.
 - Außerdem liegen dem Bericht ANLAGEN bei; dabei handelt es sich um Blätter mit Beschreibungen, Ansprüchen und/oder Zeichnungen, die geändert wurden und diesem Bericht zugrunde liegen, und/oder Blätter mit vor dieser Behörde vorgenommenen Berichtigungen (siehe Regel 70.16 und Abschnitt 607 der Verwaltungsrichtlinien zum PCT).

Diese Anlagen umfassen insgesamt 4 Blätter.
3. Dieser Bericht enthält Angaben zu folgenden Punkten:
 - I Grundlage des Bescheids
 - II Priorität
 - III Keine Erstellung eines Gutachtens über Neuheit, erfinderische Tätigkeit und gewerbliche Anwendbarkeit
 - IV Mangelnde Einheitlichkeit der Erfindung
 - V Begründete Feststellung nach Regel 66.2 a)ii) hinsichtlich der Neuheit, der erfinderischen Tätigkeit und der gewerblichen Anwendbarkeit; Unterlagen und Erklärungen zur Stützung dieser Feststellung
 - VI Bestimmte angeführte Unterlagen
 - VII Bestimmte Mängel der internationalen Anmeldung
 - VIII Bestimmte Bemerkungen zur internationalen Anmeldung

Datum der Einreichung des Antrags 27.05.2004	Datum der Fertigstellung dieses Berichts 20.05.2005
Name und Postanschrift der mit der Internationalen Prüfung beauftragten Behörde  Europäisches Patentamt - P.B. 5818 Patentlaan 2 NL-2280 HV Rijswijk - Pays Bas Tel. +31 70 340 - 2040 Tx: 31 651 epo nl Fax: +31 70 340 - 3016	Bevollmächtigter Bediensteter Zalm, W Tel. +31 70 340-2804



INTERNATIONALER VORLÄUFIGER PRÜFUNGSBERICHT

Internationales Aktenzeichen PCT/EP 03/11910

I. Grundlage des Berichts

1. Hinsichtlich der **Bestandteile** der internationalen Anmeldung (*Ersatzblätter, die dem Anmeldeamt auf eine Aufforderung nach Artikel 14 hin vorgelegt wurden, gelten im Rahmen dieses Berichts als "ursprünglich eingereicht" und sind ihm nicht beigefügt, weil sie keine Änderungen enthalten (Regeln 70.16 und 70.17)*):

Beschreibung, Seiten

1-17 in der ursprünglich eingereichten Fassung

Ansprüche, Nr.

1-6 eingegangen am 17.01.2005 mit Schreiben vom 17.01.2005

Zeichnungen, Blätter

1/3-3/3 in der ursprünglich eingereichten Fassung

2. Hinsichtlich der **Sprache**: Alle vorstehend genannten Bestandteile standen der Behörde in der Sprache, in der die internationale Anmeldung eingereicht worden ist, zur Verfügung oder wurden in dieser eingereicht, sofern unter diesem Punkt nichts anderes angegeben ist.

Die Bestandteile standen der Behörde in der Sprache: zur Verfügung bzw. wurden in dieser Sprache eingereicht; dabei handelt es sich um:

- die Sprache der Übersetzung, die für die Zwecke der internationalen Recherche eingereicht worden ist (nach Regel 23.1(b)).
- die Veröffentlichungssprache der internationalen Anmeldung (nach Regel 48.3(b)).
- die Sprache der Übersetzung, die für die Zwecke der internationalen vorläufigen Prüfung eingereicht worden ist (nach Regel 55.2 und/oder 55.3).

3. Hinsichtlich der in der internationalen Anmeldung offenbarten **Nucleotid- und/oder Aminosäuresequenz** ist die internationale vorläufige Prüfung auf der Grundlage des Sequenzprotokolls durchgeführt worden, das:

- in der internationalen Anmeldung in schriftlicher Form enthalten ist.
- zusammen mit der internationalen Anmeldung in computerlesbarer Form eingereicht worden ist.
- bei der Behörde nachträglich in schriftlicher Form eingereicht worden ist.
- bei der Behörde nachträglich in computerlesbarer Form eingereicht worden ist.
- Die Erklärung, daß das nachträglich eingereichte schriftliche Sequenzprotokoll nicht über den Offenbarungsgehalt der internationalen Anmeldung im Anmeldezeitpunkt hinausgeht, wurde vorgelegt.
- Die Erklärung, daß die in computerlesbarer Form erfassten Informationen dem schriftlichen Sequenzprotokoll entsprechen, wurde vorgelegt.

4. Aufgrund der Änderungen sind folgende Unterlagen fortgefallen:

- Beschreibung, Seiten:
- Ansprüche, Nr.:
- Zeichnungen, Blatt:

**INTERNATIONALER VORLÄUFIGER
PRÜFUNGSBERICHT**

Internationales Aktenzeichen PCT/EP 03/11910

5. Dieser Bericht ist ohne Berücksichtigung (von einigen) der Änderungen erstellt worden, da diese aus den angegebenen Gründen nach Auffassung der Behörde über den Offenbarungsgehalt in der ursprünglich eingereichten Fassung hinausgehen (Regel 70.2(c)).

(Auf Ersatzblätter, die solche Änderungen enthalten, ist unter Punkt 1 hinzuweisen; sie sind diesem Bericht beizufügen.)

6. Etwaige zusätzliche Bemerkungen:

V. Begründete Feststellung nach Artikel 35(2) hinsichtlich der Neuheit, der erfinderischen Tätigkeit und der gewerblichen Anwendbarkeit; Unterlagen und Erklärungen zur Stützung dieser Feststellung

1. Feststellung
Neuheit (N) Ja: Ansprüche 1-6
Nein: Ansprüche
Erfinderische Tätigkeit (IS) Ja: Ansprüche 1-4
Nein: Ansprüche 5,6
Gewerbliche Anwendbarkeit (IA) Ja: Ansprüche: 1-6
Nein: Ansprüche:

2. Unterlagen und Erklärungen:

siehe Beiblatt

Zu Punkt V

Begründete Feststellung hinsichtlich der Neuheit, der erfinderischen Tätigkeit und der gewerblichen Anwendbarkeit; Unterlagen und Erklärungen zur Stützung dieser Feststellung

(1) Die folgenden im Recherchenbericht zitierten Dokumente werden in diesem Internationalen Vorläufigen Prüfungsbericht erstmals angegeben:

D1: US-A-2542961

D2: EP-A-618170

(2) Neuheit:

Dokument D1 (US-A-2542961 (JOHNSON) offenbart ein Verfahren zur Herstellung von Chlor aus Chlorwasserstoffgas und einem Oxidator (z.B. Sauerstoff). Nach Oxidation wird gasförmiges HCl abgetrennt und nach dem Oxidationsreaktor rückgeführt. Die Abtrennung wird in einer Stripper (die Chlorwasserstoff-Destillation (44), siehe die Figur) und in einer Destillationskolonne (55) durchgeführt. In dieser Destillationskolonne (55) wird die Trennung von Chlorwasserstoffgas und Wasser mit Hilfe einer regenerierbaren Salzlösung durchgeführt. Die wäßrige Chlorwasserstoffströme (48) und (10) werden zusammen dem Oxidationsreaktor (12) rückgeführt. In der Beschreibung (Spalte 7, Zeilen 16-24) wird bemerkt, daß der verwendete Chlorwasserstoff ganz oder teilweise als wäßrige Lösung (67) im System eingeführt werden kann.

Das in **Anspruch 1** definierte Verfahren der vorliegenden Anmeldung unterscheidet sich darin, daß in den Destillationsstufen (44) und (55) des D1, ein Teilstrom IIb ((27) in Figur 2 der Anmeldung) zur ersten Stufe (die Destillationskolonne (1)) wird rückgeführt (und nicht gleich zum Oxidationsreaktor). Dabei ist zur Entfernung von Wasser keine Salztrocknung benötigt.

(3) Erfinderische Tätigkeit

Diese zweistufige Salzsäuredestillation ist eine nicht nageliegende Ersetzung der aufwendige Extraktivdestillation unter Verwendung der Salzlösung. Das Verfahren des Anspruchs 1 wird damit betrachtet ein erfinderischen Schritt einzuschließen. Die Maßnahmen der abhängigen **Ansprüchen 2-4** sind, als besondere Ausführungsbeispiele des Verfahrens des Anspruchs 1, neu und erfinderisch.

Unabhängiger **Anspruch 6** unterscheidet sich von Dokument D1 nur darin, daß die

Herstellung von Chlor (Stufen V-X) mit die Herstellung von organischen Isocyanaten (Stufe I-IV,XI) integriert ist.

Die Bereitstellung von Chlorwasserstoff herkömmlich einer Isocyanatherstellungsverfahren ist an sich bekannt aus Dokument D2. Die Verwendung eines solchen Stromes zur Herstellung von Chlor gemäß dem Verfahren des D1 ist ein naheliegende Maßnahme und erfüllt damit nicht das Erfordernis des Artikels 33(3) PCT.

Ein Verfahren zur Herstellung von organischen Isocyanaten indem die Destillation des wäßrigen Chlorwasserstoffstromes in zwei Stufen aufgetrennt ausgeführt wird (gemäß des Verfahrens des geänderten Anspruchs 1) würde das Erfordernis der erfinderischen Tätigkeit erfüllen.

(4) Die Beschreibung ist nicht an die geänderte Ansprüche angepaßt und die Stand der Technik (D1 und D2) ist nicht in der Beschreibung erörtert.

Patentansprüche

5

1. Verfahren zur Herstellung von Chlor aus Salzsäure mit den Schritten:

- 10 a) es wird ein Salzsäure-Einsatzstrom I bereitgestellt;
- b) es wird ein Salzsäure-Rückstrom II bereitgestellt;
- c) in einem Destillationsschritt wird aus dem Salzsäure-Einsatzstrom I und dem Salzsäure-Rückstrom II ein Chlorwasserstoffstrom IV abgetrennt, wobei in einem ersten Teilschritt c1) der Salzsäurestrom II in einen Chlorwasserstoffstrom IV und einen azeotrop siedenden Salzsäurestrom IIa aufgetrennt wird, und der azeotrop siedende Salzsäurestrom IIa in einem zweiten Teilschritt c2) in einen Wasserdampfstrom IX und einen Salzsäurestrom IIb 15 höherer Konzentration als IIa aufgetrennt und der Salzsäurestrom IIb in den Teilschritt c1) zurückgeführt wird, wobei der erste Teilschritt c1) bei einem höheren Druck als der zweite Teilschritt c2) durchgeführt wird,
- d) der Chlorwasserstoffstrom IV, ein Sauerstoff enthaltender Strom V und gegebenenfalls ein Sauerstoff enthaltender Rückstrom Va werden in eine Oxidationszone eingespeist und Chlorwasserstoff in Gegenwart eines Katalysators 20 zu Chlor oxidiert, wobei ein Produktgasstrom VI erhalten wird, der Chlor, nicht umgesetzten Sauerstoff, nicht umgesetzten Chlorwasserstoff und Wasserdampf enthält;
- e) aus dem Produktgasstrom VI werden in einem Absorptionsschritt 25 Chlorwasserstoff und Wasser abgetrennt; wobei ein Gasstrom VII und der Salzsäure-Rückstrom II erhalten wird;
- f) gegebenenfalls wird der Gasstrom VII getrocknet;
- 30 g) aus dem Gasstrom VII wird ein Sauerstoff enthaltender Strom abgetrennt und gegebenenfalls zumindest teilweise als Sauerstoff enthaltender Rückstrom Va in die Oxidationszone zurückgeführt, wobei ein Chlor enthaltender Produktstrom VIII verbleibt;

h) gegebenenfalls wird der Chlor enthaltende Produktstrom VIII weiter aufgereinigt.

5

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass der Salzsäure-Einsatzstrom I erhalten wird, indem

10 a1) ein Chlorwasserstoff enthaltender Einspeisungsgastrom Ia, der nicht wasserlösliche Nebenbestandteile enthalten kann, bereitgestellt wird;

15 a2) in einem Absorptionsschritt Chlorwasserstoff in Wasser absorbiert wird, wobei der Salzsäure-Einsatzstrom I und gegebenenfalls ein Abgasstrom III enthaltend nicht wasserlöslichen Verunreinigungen erhalten wird.

15

3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, dass der Chlorwasserstoff enthaltende Einspeisungsgasstrom Ia als Abstrom erhalten wird bei (1) der Isocyanat-Herstellung aus Phosgen und Aminen, (2) der Säurechlorid-Herstellung, (3) der Polycarbonat-Herstellung, (4) der Herstellung von Vinylchlorid aus Ethylenchlorid und/oder der Chlorierung von Aromaten (5).

20 4. Verfahren nach einem der Ansprüche 1-3, dadurch gekennzeichnet, dass der Druck im ersten Teilschritt 1 bis 20 bar beträgt.

25 5. Verfahren zur Herstellung von organischen Isocyanaten mit den Schritten

30 i) ein Kohlenmonoxid enthaltender Einspeisungsgassstrom X, ein Chlor enthaltender Rückstrom VIII und gegebenenfalls ein Chlor enthaltender Ergänzungsstrom VIIIa werden bereitgestellt;

35 ii) in einem Phosgen-Syntheseschritt werden die Ströme X, VIII und gegebenenfalls VIIIa zu einem Phosgen enthaltenden Gasstrom XI umgesetzt;

35 iii) in einem Isocyanat-Syntheseschritt wird der Phosgen enthaltende Gastrom XI mit oder mehreren primären Aminen zu dem oder den entsprechenden Isocyanaten und Chlorwasserstoff umgesetzt, wobei ein Chlorwasserstoff und nicht umgesetztes Phosgen enthaltender Gasstrom XII und ein Isocyanat enthaltender Strom Produktstrom XIII gewonnen werden;

- iv) aus dem Chlorwasserstoff und nicht umgesetztes Phosgen enthaltenden Gasstrom XII wird in einem Auf trennschritt ein Chlorwasserstoff und gegebenenfalls nicht wasserlösliche Verunreinigungen enthaltender Gasstrom Ia und ein Phosgen enthaltender Strom XIV gewonnen, wobei der Phosgen enthaltende Strom XIV gegebenenfalls in den Isocyanat-Syntheseschritt iii) zurückgeführt wird;
- v) in einem Absorptionsschritt wird Chlorwasserstoff aus dem Gasstrom Ia in Wasser absorbiert, wobei ein Salzsäure-Einsatzstrom I aus verdünnter Salzsäure und gegebenenfalls ein Abgasstrom III enthaltend die nicht wasserlöslichen Verunreinigungen erhalten wird;
- vi) aus dem Salzsäure-Einsatzstrom I und einem Salzsäure-Rückstrom II wird in einem Destillationsschritt ein Chlorwasserstoffstrom IV abgetrennt;
- vii) der Chlorwasserstoffstrom IV, ein Sauerstoff enthaltender Strom V und gegebenenfalls ein Sauerstoff enthaltender Rückstrom Va werden in eine Oxidationszone eingespeist und Chlorwasserstoff in Gegenwart eines Katalysators zu Chlor oxidiert, wobei ein Produktgasstrom VI erhalten wird, der Chlor, nicht umgesetzten Sauerstoff, nicht umgesetzten Chlorwasserstoff und Wasserdampf enthält;
- viii) aus dem Produktgasstrom VI werden in einem Absorptionsschritt Chlorwasserstoff und Wasser abgetrennt, wobei ein Gasstrom VII und ein Salzsäure-Rückstrom II aus verdünnter Salzsäure erhalten wird;
- ix) der Gasstrom VII wird getrocknet;
- x) aus dem Gasstrom VII wird ein Sauerstoff enthaltender Strom abgetrennt und gegebenenfalls zumindest teilweise als Sauerstoff enthaltender Rückstrom Va in die Oxidationszone zurückgeführt, wobei ein Chlor enthaltender Produktstrom VIII verbleibt;
- xi) der Chlor enthaltende Produktstrom VIII wird, gegebenenfalls nach Aufreinigung, als Chlor enthaltender Rückstrom VIII in Schritt i) eingesetzt.

6. Verfahren nach Anspruch 5, dadurch gekennzeichnet, dass in dem Destillationsschritt
5 vi) in einem ersten Teilschritt vi-1) der Salzsäure-Einsatzstrom I und der Salzsäure-
Rückstromstrom II in einen Chlorwasserstoffstrom IV und einen azeotrop siedenden
Salzsäurestrom IIa aufgetrennt wird, und der azeotrop siedende Salzsäurestrom IIa in
10 einem zweiten Teilschritt vi-2) in einen Wasserdampfstrom IX und einen
Salzsäurestrom IIb höherer Konzentration als IIa aufgetrennt und der Salzsäurestrom
IIb in den Teilschritt vi-1) zurückgeführt wird, wobei der erste Teilschritt vi-1) bei
einem höheren Druck als der zweite Teilschritt vi-2) durchgeführt wird.